

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (13)

PCT/JP 99/06478

19.11.99

E A U

日 本 国 特 許

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT
09/856209

庁	
REC'D 03 DEC 1999	
WIPO	PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

1998年11月20日

JP99/6478

出 願 番 号
Application Number:

平成10年特許願第330714号

出 願 人
Applicant(s):

コマツ電子金属株式会社

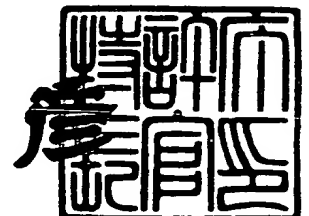
PRIORITY
DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1999年10月29日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特平11-3074333

【書類名】 特許願

【整理番号】 AP981009

【提出日】 平成10年11月20日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01L 21/00

【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法

【請求項の数】 5

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県平塚市西之宮 2 6 1 2 番地 コマツ電子金属株式会社内

 【氏名】 中村 浩三

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県平塚市西之宮 2 6 1 2 番地 コマツ電子金属株式会社内

 【氏名】 石川 文敬

【特許出願人】

 【識別番号】 000184713

 【氏名又は名称】 コマツ電子金属株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100106002

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 正林 真之

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 058975

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 シリコン単結晶の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 チュクラルスキー法によりシリコン単結晶バルクを製造する方法であって、

シリコン融点から 1350℃までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 G の結晶の外側面と結晶中心での値の比である G_{outer} / G_{center} を 1.10 から 1.50 の間とすることを特徴とするシリコン単結晶バルクの製造方法。

【請求項 2】 チュクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を調整しながらシリコン単結晶バルクの製造を行うことを特徴とする請求項 1 記載のシリコン単結晶バルクの製造方法。

【請求項 3】 シリコン単結晶バルクの製造の際に、シリコン単結晶バルクの引き上げ速度を変化させることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 記載のシリコン単結晶バルクの製造方法。

【請求項 4】 請求項 1 から 3 いずれか 1 項に記載のシリコン単結晶バルクから得られる、内径が全体の 70% 以下の OSF リングが存在し、かつ、その周囲に全体の 50% 以上の表面積（片面）を占める無欠陥領域が存在するシリコン単結晶ウェーハ。

【請求項 5】 請求項 1 から 3 いずれか 1 項に記載のシリコン単結晶バルクから得られる、内径が全体の 50% 以下の OSF リングが存在し、かつ、その周囲に全体の 75% 以上の表面積（片面）を占める無欠陥領域が存在するシリコン単結晶ウェーハ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はチュクラルスキー法によりシリコン単結晶を製造する方法、特に成長欠陥が実用に耐えうるまで十分に低減され、最終的な IC 製造までをも含めた半

導体製造工程の経済的効果を十分に高めることができるシリコン単結晶製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

チュクラルスキー法（以下、CZ法）により得られるCZシリコン単結晶の成長中に発生する結晶欠陥は、MOSデバイスのゲート酸化膜の信頼性やPNジャンクションリーク特性などに悪影響を及ぼすので、それをできる限り低減することが必要となる。

【0003】

CZシリコン単結晶に含まれる成長欠陥として代表的なものには、転位クラスタ、八面体状のボイド欠陥、熱酸化処理をした際に発生するリング状の酸化誘起積層欠陥部（以下OSFリングと略す）があり、ボイド欠陥はMOSデバイスのゲート酸化膜の信頼性を劣化させ、転位クラスタは半導体素子の特性を劣化させるというのは周知の事実である。また、これらの欠陥はCZシリコン単結晶中に無秩序に発生するのではなく、OSFリングを挟んでその内側にはボイド欠陥、その外側には転位クラスタが発生するということも知られている。

【0004】

ここで、OSFリングの位置には、引き上げ軸方向の結晶内温度勾配（これは、結晶の半径方向の位置によって変化する）が影響することが知られている（E. Dornberger, W. v. Ammon, J. Electrochem. Soc. Vol. 143 (1996) p1648）。また、宝来らは、OSFリングの外側の領域には転位クラスタを含まない無欠陥の領域が生じることがあるということを示し、更には、結晶の成長速度と引き上げ軸方向の結晶内温度勾配との関係を特殊な範囲の比となるように調整することによって成長欠陥を含まない無欠陥単結晶が得られたということを報告している（1993年（平成5年）、第54回応用物理学会学術講演会（1993年9月27日から30日）、第54回応用物理学会学術講演会講演予稿集No. 1、p303、29a-HA-7

： 特開平8-330316号公報 ： M. Hourai, H. Nishikawa, T. Tanakaら、Semiconductor Silicon,

1998, P453)。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】

ところが、宝来らの方法は、結晶の成長速度と引き上げ軸方向の結晶内温度勾配との関係を特殊な極狭い範囲の比となるように調整するものであって、その制御が困難であった。そして、この操作制御の困難に起因して、それを行うためのコストの高騰を招き、成長欠陥低減による歩留まりの向上によって経済効果が高められていた場合でも、半導体製造工程全体としての経済効果は落ちてしまうという問題も生じる。

【0006】

また、無欠陥領域の発生挙動が明らかではないため、無欠陥領域を十分に含む製品が一定の割合をもって確実に得られるというわけではなく、不安定であった。

【0007】

本発明は以上のような課題に鑑みてなされたものであり、その目的は、CZ法により生産されるシリコン単結晶ウェーハに対して広い無欠陥領域を安定して付与することができる方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明は、種々の成長条件による無欠陥領域の発生挙動を詳細に調べることで、CZ法により生産されるシリコン単結晶バルクにおいて、広い無欠陥領域を確実にかつ低コストで作製する方法を提供し、更には、成長欠陥の少ない高品質なシリコンウェーハを低コストにて安定して供給し得る方法を提供するものである。

【0009】

本発明はまた、宝来らにより示された「OSFリングの外側の領域には転位クラスタを含まない無欠陥の領域が生じることがある」という事実を前提として、OSFリングの外側のこの無欠陥領域を拡大することにより、高品質なシリコンウェーハを得ることができることを予想し、それに基づいてなされたものである。

。しかしながら本発明は、無欠陥領域の発生挙動が明らかではなく、同時に不安定であったことに起因して、それまで不可能とされていた「OSFリングの外側の無欠陥領域の拡大、及び、広い無欠陥領域を含むシリコンウェーハの低コスト安定供給」ということを可能にしたものである。

【0010】

具体的には、本発明は、以下のようなシリコン単結晶バルクの製造方法及びシリコン単結晶ウェーハを提供する。

【0011】

(1) チュクラルスキー法によりシリコン単結晶バルクを製造する方法であって、シリコン融点から1350℃までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 G の結晶の外側面と結晶中心での値の比である G_{outer}/G_{center} を1.10から1.50の間とすることを特徴とするシリコン単結晶バルクの製造方法。なお、シリコン融点については定説はなく、1412℃ないしは1420℃であると言われているが、シリコン融点は何℃であるかということは本発明において問題ではなく、定説となるシリコン融点は何℃であろうと、「シリコン融点から1350℃までの温度範囲」であれば、本発明の範囲に含まれる。

【0012】

(2) チュクラルスキー法シリコン単結晶製造装置に備え付けられている熱遮蔽体とシリコン融液との間の距離を調整しながらシリコン単結晶バルクの製造を行うことを特徴とする上記記載のシリコン単結晶バルクの製造方法。

【0013】

(3) シリコン単結晶バルクの製造の際に、シリコン単結晶バルクの引き上げ速度を変化させることを特徴とする上記記載のシリコン単結晶バルクの製造方法。

【0014】

(4) 上記記載のシリコン単結晶バルクから得られる、内径が全体の70%以下のOSFリングが存在し、かつ、その周囲に全体の50%以上の表面積（片面）を占める無欠陥領域が存在するシリコン単結晶ウェーハ。

【0015】

(5) 上記記載のシリコン単結晶バルクから得られる、内径が全体の50%以下のOSFリングが存在し、かつ、その周囲に全体の75%以上の表面積(片面)を占める無欠陥領域が存在するシリコン単結晶ウェーハ。

【0016】

[シリコン単結晶ウェーハ]

以上のような本発明は、結晶欠陥の存在を敢えて容認しつつ、成長欠陥を低減させるための条件を監視するのに要するコストを低減し、半導体製造工程全体として経済効果を高めるということを実現したものである。従って、その結晶欠陥の存在を容認した上でのコスト低減という観点から、本発明により製造されたシリコン単結晶ウェーハには、無欠陥領域とともに、必ずある程度のOSFリングが存在することになり、少なくともその割合が上記の範囲にあるのであれば、本発明の範囲に含まれることになる。

【0017】

なお、本発明に係るシリコン単結晶ウェーハは、本発明に係るシリコン単結晶バルクから切り出しを行い、常法に従って所定の加工を施すことにより製造することができる。

【0018】

[シリコン単結晶バルク製造装置]

図2は、本発明に係るシリコン単結晶バルク製造装置の要部を示すブロック図である。本発明に係るシリコン単結晶バルク製造装置は、通常のCZ法シリコン単結晶製造装置と同様に、密閉容器たるチャンバー11内に、シリコン融液12の製造・貯蔵のためのルツボ13(このルツボ13は、通常のCZ法シリコン単結晶製造装置と同様に、黒鉛ルツボ13aの内側に石英ルツボ13bが配設されたものからなる)と、このルツボ13を加熱するためのヒータ14と、このヒータ14に電力を供給する電極15と、ルツボ13を支持するルツボ受け16と、ルツボ13を回転させるペディスタル17と、を備える。チャンバー11内には適宜、断熱材21、メルトレシーブ23、内筒24が備え付けられる。また、この装置には、ヒータ14からシリコンバルク27への熱の輻射を遮蔽するための

熱遮蔽体 25 が備え付けられている。更に、本発明に係るシリコン単結晶バルク製造装置は、特に図示していないが、この種の CZ 法シリコン単結晶製造装置に通常装備される不活性ガスの導入・排気システムを備えている。そして、このようなシステム下において、熱遮蔽体 25 は不活性ガスの流通路を調整する働きも兼ね備えている。

【0019】

本発明に係るシリコン単結晶バルク製造装置において特徴的なことは、熱遮蔽体 25 を動かし、当該熱遮蔽体 25 の先端部分とシリコン融液 12 の液面からの距離 h を調整することによって、本発明遂行のポイントとなる V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{℃} \cdot \text{min}$) や $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ を調整することである。実際に、距離 h を調整することによってヒータ 14 やシリコン融液 12 の液面からシリコンバルク 27 への熱の遮蔽量が変化するのと同時に、シリコンバルク 27 表面を流れる不活性ガスの量や速度が微妙に変化するので、これによって本発明ではシリコンバルク 27 表面における結晶引上げ軸方向の結晶内温度勾配、ひいてはその中心部分における結晶引上げ軸方向の結晶内温度勾配との比を調整することができるものと考えられている。

【0020】

なお、この実施の形態において、当該熱遮蔽体 25 の先端部分とシリコン融液 12 の液面からの距離 h の調整は、熱遮蔽体 25 の高さを調整するリフター 25 a と、熱遮蔽体 25 の傾きを調整するアンギュラー 25 b の連動により行うこととしている。しかしながら、距離 h の調整はこの機構に限られるものではない。即ち、本発明が、CZ 法シリコン単結晶製造装置に装備されている熱遮蔽体を利用して V/G 値 ($\text{mm}^2/\text{℃} \cdot \text{min}$) や $G_{\text{outer}}/G_{\text{center}}$ を調整する最初のものである以上、距離 h の調整を行えるものであればいかなる実施態様も本発明の範囲に含まれると解釈されるべきである。

【0021】

また、本発明においては、距離 h の調整は、例えば総合電熱解析のようなシュミレーション解析による計算結果に基づいて行うようにしてもよく、実測値に基づいたフィードバック制御などによって行うようにしてもよい。

【0022】

【実施例】

種々の成長条件による無欠陥領域の発生挙動を調べた結果、引き上げ速度によるOSFリングの半径方向位置および無欠陥領域の分布範囲は、図1のようであることが解った。つまり、OSFリングは引き上げ速度の低下により収縮する一方で、OSFリングの半径が特定の値より小さくなると無欠陥領域は消滅してしまうのである。従って、一定の無欠陥領域を得るためには、引き上げ速度は大きすぎても小さすぎても不適當で、適切なある所定の範囲内になければならないことになる（図1中、V1からV2の間）。

【0023】

また、前述のように、OSFリングの位置は、引き上げ軸方向の結晶内温度勾配（これは、結晶の半径方向の位置によって変化する）が影響することが知られているので、半径方向の各位置での引き上げ軸方向の結晶内温度勾配について、最も広い範囲で無欠陥が得られるものを調査をした。この調査にあたって、結晶バルクの引き上げ速度と結晶内温度勾配の間には相関があることから、図1の例のように徐々に引き上げ速度を低下させたときの欠陥の分布を調べることで実験結果を得た。

【0024】

ボイド欠陥及び転位クラスタは無攪拌Seccoエッチングにより調査し、OSFリングの位置は780℃で3時間とそれに続く1000℃で16時間の酸化性熱処理後のX線トポグラフにより評価した。また、半径方向の各位置での引き上げ軸方向の結晶内温度勾配は、現在確立されている成長装置内の総合伝熱解析により求めた。なお、実験は直径200mmの結晶を用いて行った。

【0025】

【実施例1】

表1は、図1で見られるような無欠陥領域がOSFリングの外側から結晶外周にまで広がった状態が維持される最小のOSFリングの外半径を各成長条件毎に示したものである。従って、この表1においては、この半径が小さいほど無欠陥部の占める面積が大きいことを意味することになる。

【0026】

ここで、表1から、シリコン融点から1350℃までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値 G の結晶の外側面と結晶中心での値の比 G_{outer}/G_{center} が1.10から1.50の間にあるときに、最小OSFリングの外半径が小さい（つまり、無欠陥領域の占める面積が大きい）ということが解り、この範囲が適切な割合の無欠陥領域を得るための好適な成長条件であることが解った。一方、 G_{outer}/G_{center} が1.10から1.50の間になくときは、ウェーハにおいて無欠陥部の占める面積が1/2以下となり、無欠陥領域を付与した効果が大きく減殺される。

【0027】

【表 1】

軸方向温度勾配		G outer / G center	成長速度 (mm/min)	最小 OSF リング半径 (mm)	
結晶中心 G center (°C/mm)	結晶外周 G outer (°C/mm)				
2.304	2.350	1.02	0.395	78	本 発 明 の 範 囲
2.320	2.436	1.05	0.402	74	
2.502	2.752	1.10	0.429	45	
2.600	3.250	1.25	0.451	43	
2.411	3.134	1.30	0.418	41	
2.921	4.089	1.40	0.511	42	
2.706	3.843	1.42	0.476	44	
2.750	4.125	1.50	0.489	45	
2.720	4.352	1.60	0.579	75	
3.012	5.422	1.80	0.714	79	

【0028】

【実施例 2】

表 1 にて求められた成長条件において、引き上げ速度を一定にして結晶を成長させた場合、成長中における結晶内温度勾配の変化のため、徐々に最適な成長条件からずれていき、無欠陥領域の占める領域が縮小してしまう場合がある（一例として、表 2）。

【0029】

【表2】

結晶長 (mm)	Si融液と熱 遮蔽体の距 離 (mm)	G center (°C/mm)	G outer (°C/mm)	G outer / G center	引上速度 (mm/min)	最小 OSF リン グ半径 (mm)
0	25	2.827	4.749	1.68	0.451	####
100	25	2.747	4.175	1.52	0.451	####
200	25	2.690	3.954	1.47	0.451	45
300	25	2.661	3.486	1.31	0.451	41
400	25	2.600	3.250	1.25	0.451	43
500	25	2.549	3.161	1.24	0.451	43
600	25	2.506	3.057	1.22	0.451	45
700	25	2.478	2.974	1.20	0.451	52
800	25	2.433	2.871	1.18	0.451	58
900	25	2.401	2.737	1.14	0.451	64
1000	25	2.381	2.667	1.12	0.451	67

※ ####は結晶外周まで無欠陥領域が広がらなかったことを示す

【0030】

このような場合は、結晶の長さの変化に従わせて引き上げ速度を変化させることにより、一定の無欠陥領域を付与することができるようになる（表3）。

【0031】

【表 3】

結晶長 (mm)	Si融液と熱 遮蔽体の距 離 (mm)	G center (°C/mm)	G outer (°C/mm)	G outer / G center	引上速度 (mm/min)	最小 OSF リン グ半径 (mm)
0	25	2.827	4.749	1.68	0.480	####
100	25	2.747	4.175	1.52	0.459	43
200	25	2.690	3.954	1.47	0.455	45
300	25	2.661	3.486	1.31	0.453	41
400	25	2.600	3.250	1.25	0.451	43
500	25	2.549	3.161	1.24	0.451	43
600	25	2.506	3.057	1.22	0.448	43
700	25	2.478	2.974	1.20	0.445	45
800	25	2.433	2.871	1.18	0.437	46
900	25	2.401	2.737	1.14	0.432	47
1000	25	2.381	2.667	1.12	0.428	48

※ ####は結晶外周まで無欠陥領域が広がらなかったことを示す

【0032】

【実施例 3】

この実施例は、実施例 2 と同様に成長中における結晶内温度勾配の変化のために徐々に最適な成長条件からずれていってしまったときに、シリコン融液と熱遮蔽体との間の距離の変化を与えることにより、一定の無欠陥領域を付与することができるということを示すためのものである（表 4）。

【0033】

【表 4】

結晶長 (mm)	Si融液と熱 遮蔽体の距 離 (mm)	G center (°C/mm)	G outer (°C/mm)	G outer / G center	引上速度 (mm/min)	最小 OSF リン グ半径 (mm)
0	25	2.827	4.749	1.68	0.451	####
100	25	2.747	4.175	1.52	0.451	####
200	25	2.690	3.954	1.47	0.451	45
300	25	2.661	3.486	1.31	0.451	41
400	25	2.600	3.250	1.25	0.451	43
500	25	2.549	3.161	1.24	0.451	43
600	23	2.540	3.150	1.24	0.451	42
700	21	2.531	3.063	1.21	0.451	43
800	20	2.526	3.031	1.20	0.451	43
900	18	2.518	2.996	1.19	0.451	45
1000	16	2.511	2.913	1.16	0.451	46

※ ####は結晶外周まで無欠陥領域が広がらなかったことを示す

【0034】

表4に示すように、引き上げ速度一定の条件下で、シリコン融液と熱遮蔽体との間の距離を、結晶の長さの変化に追従させて変化させることにより、一定の無欠陥領域を付与することができた。ここで、この実施例3によって、シリコン融液と熱遮蔽体との間の距離を変化させれば、引き上げ速度を変化させた場合（実施例2）と同じ効果が得られることがわかる。そしてこのことから、一定の無欠陥領域を得るという観点からすれば、シリコン単結晶バルク製造装置においてシリコン融液と熱遮蔽体との間の距離を変化させることは、引き上げ速度を変化さ

せることと等価の効果が得られるということが明らかになった。

【0035】

【発明の効果】

本発明に係る方法もしくは装置によれば、一定の無欠陥領域を確実に含むシリコン単結晶ウェーハを安定かつ低コストで製造することができる。このため、半導体製造工程全体のコストを下げ、その経済性を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 引き上げ速度によるOSFリングの半径方向位置および無欠陥領域の分布範囲を図示した概念図である。

【図2】 本発明に係るシリコン単結晶バルク製造装置の要部を示すブロック図である。

【符号の説明】

11 チャンバー（密閉容器）

12 シリコン融液

13 ルツボ

13a 黒鉛ルツボ

13b 石英ルツボ

14 ヒータ

15 電極

16 ルツボ受け

17 ペディスタル

21 断熱材

23 メルトレシーブ

24 内筒

25 熱遮蔽体

27 シリコンバルク

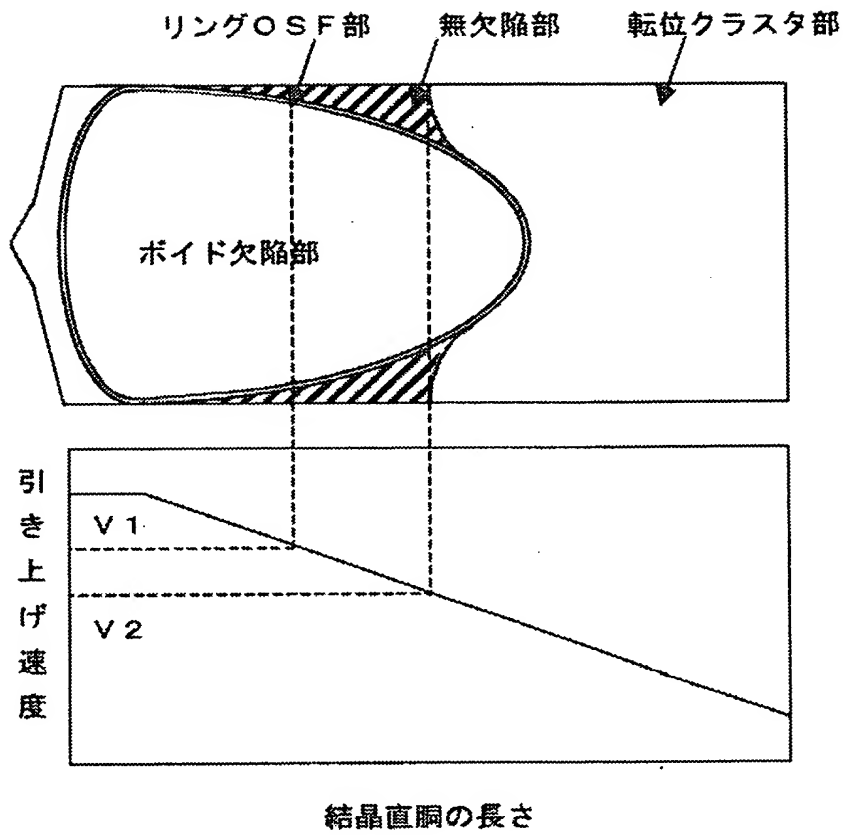
h 熱遮蔽体25の先端部分とシリコン融液12の液面からの距離

25a リフター

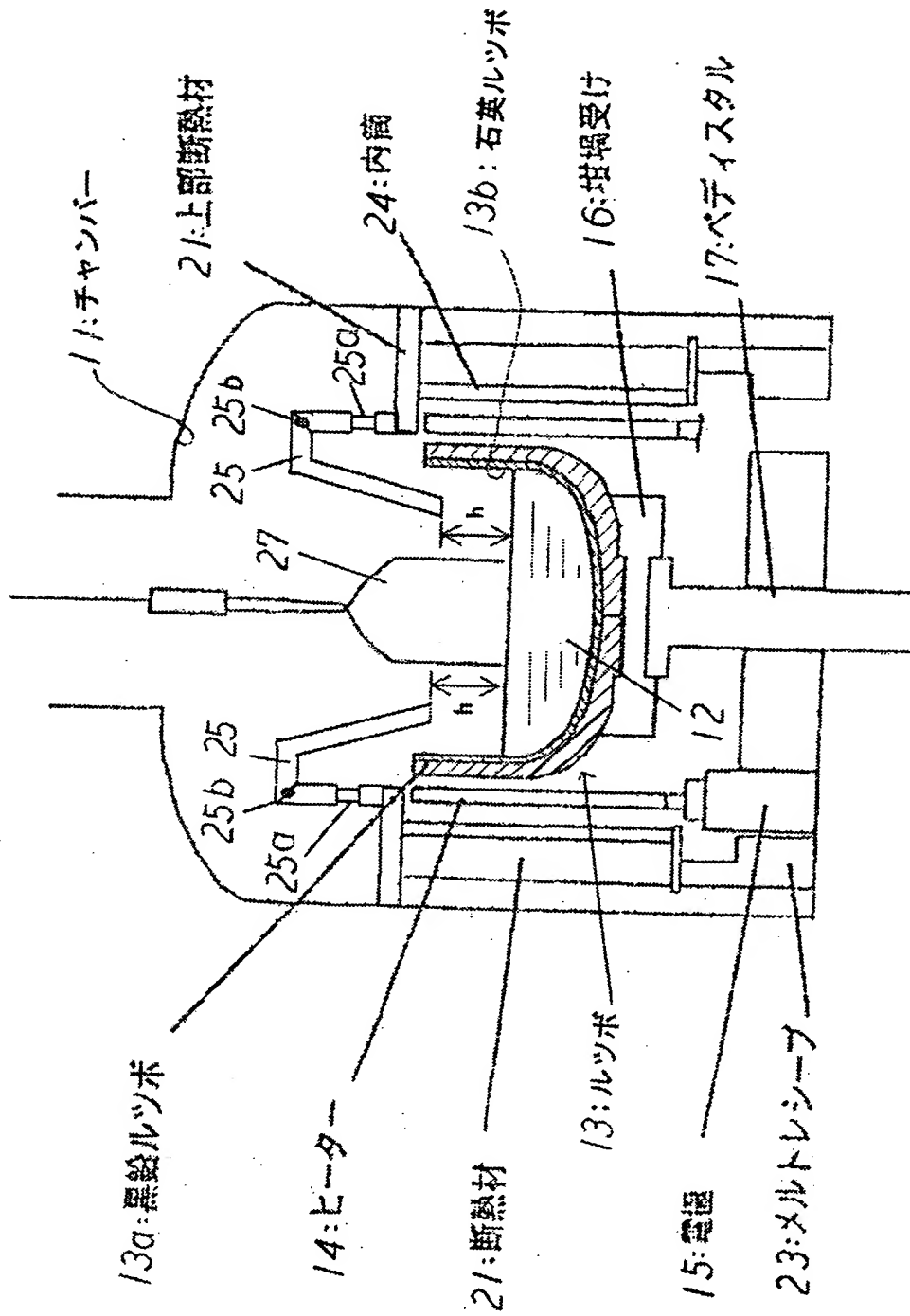
25b アンギュラー

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 チュクラルスキー法により生産されるシリコン単結晶ウェーハに対して広い無欠陥領域を安定して付与することができる方法を提供する。

【解決手段】 チュクラルスキー法によりシリコン単結晶バルクを製造する方法において、シリコン融点から1350℃までの温度範囲における引き上げ軸方向の結晶内温度勾配の平均値Gの結晶の外側面と結晶中心での値の比である G_{outer}/G_{center} を1.10から1.50の間とする。

【書類名】
【訂正書類】

職権訂正データ
特許願

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】

000184713

【住所又は居所】

神奈川県平塚市四之宮 2 6 1 2 番地

【氏名又は名称】

コマツ電子金属株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】

100106002

【住所又は居所】

東京都豊島区南池袋 3-18-34 池袋シティハ

イツ 701 正林国際特許事務所

【氏名又は名称】

正林 真之

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000184713]

1. 変更年月日

1993年 4月20日

[変更理由]

名称変更

住 所

神奈川県平塚市四之宮2612番地

氏 名

コマツ電子金属株式会社

THIS PAGE BLANK (USPTO)